

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-101339

(43)Date of publication of application : 21.04.1998

(51)Int.Cl.

C01G 49/08

C01G 49/00

G03G 9/083

G03G 9/107

H01F 1/11

(21)Application number : 08-277333

(71)Applicant : TITAN KOGYO KK

(22)Date of filing : 27.09.1996

(72)Inventor : TOKUNAGA HIDEAKI

NAKAMURA AKIRA

WADA TETSUYUKI

(54) MAGNETITE PARTICULATE POWDER, ITS PRODUCTION AND APPLICATION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce magnetite particulate powder having low residual magnetic flux density and a hexa-, octa- or tetradecahedral particle shape required for a magnetic toner and a resin dispersed carrier for using an electrostatic copy.

SOLUTION: This magnetite particulate powder contains 0.1-5.0wt.% P based on the amt. of Fe and 0.1-5.0wt.% Al based on the amt. of Fe and/or further contains ≤ 5.0 wt.% Si based on the amt. of Fe. After an external magnetic field of 1kOe is applied to this powder, the ratio (σ_r /SSA) of the residual magnetic flux density σ_r to the specific surface area SSA is ≤ 0.9 . The particle shape of this powder is hexa-, octa- or tetradecahedral.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

58-A-10-101339
特開平10-101339

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月21日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

Publication date = April 21, 1998

C 0 1 G 49/08

C 0 1 G 49/08

A

49/00

49/00

B

G 0 3 G 9/083

G 0 3 G 9/08

3 0 1

9/107

9/10

3 1 1

審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平8-277333

(22) 出願日

平成 8 年(1996) 9 月27 日

(71) 出願人 000109255

チタン工業株式会社

山口県宇部市大字小串1978番地の25

(72) 発明者 徳永 英明

山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ
ン工業株式会社内

(72) 発明者 中村 明

山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ
ン工業株式会社内

(72) 発明者 和田 哲行

山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ
ン工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 社本 一夫 (外 5 名)

(54) 【発明の名称】 マグネタイト粒子粉末及びその製造方法並びにその応用

(57) 【要約】

【課題】 静電複写用の磁性トナー及び樹脂分散型キャリアに必要とされる、残留磁束密度が低く、粒子形状が六面体、八面体又は14面体であるマグネタイト粒子粉末及びその製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 Feに対し0.1～5.0重量%のP、及び、Feに対し0.1～5.0重量%のAl、又は、更に、Feに対し5.0重量%以下のSiを含有したものであり、1kOeの外部磁場をかけた後における残留磁束密度 σ_r と比表面積SSAの比 σ_r/SSA が0.9以下であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末、及び上記マグネタイト粒子粉末の粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であることを特徴とする上記マグネタイトマグネタイト粒子粉末。

四面代用写真



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Feに対し0.1～5.0重量%のP、Feに対し0.1～5.0重量%のAl、及び、Feに対し5.0重量%以下のSiを含有したものであり、1kOeの外部磁場をかけた後における残留磁束密度 σ_r と比表面積SSAの比 σ_r/SSA が0.9以下であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末。

【請求項2】 Feに対し0.1～5.0重量%のP、及び、Feに対し0.1～5.0重量%のAlを含有したものであり、1kOeの外部磁場をかけた後における残留磁束密度 σ_r と比表面積SSAの比 σ_r/SSA が0.9以下であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末。

【請求項3】 マグネタイト粒子粉末の粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であることを特徴とする請求項1又は2に記載のマグネタイト粒子粉末。

【請求項4】 第一鉄塩水溶液と水酸化アルカリとを反応させて水酸化第一鉄を生成し、引き続き加熱しながら、酸素含有ガスを通気してマグネタイト粒子粉末を製造することにおいて、上記水酸化アルカリ又は第一鉄塩水溶液又はこれらを反応させて生成した水酸化第一鉄のいずれかに、Feに対しP換算で0.1～5.0重量%の水溶性リン化合物、Feに対しAl換算で0.1～5.0重量%の水溶性アルミニウム化合物、及びFeに対しSi換算で0～5.0重量%の水溶性ケイ素化合物を添加することを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項に記載のマグネタイト粒子粉末の製造方法。

【請求項5】 請求項1乃至3のいずれか1項に記載のマグネタイト粒子粉末を用いた電子写真用磁性トナー。

【請求項6】 請求項1乃至3のいずれか1項に記載のマグネタイト粒子粉末を用いた樹脂分散型キャリア。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真用磁性トナー及び樹脂分散型キャリア、並びに塗料用黒色顔料用として用いられる、残留磁束密度が低く、かつ、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末及びその製造方法並びにその応用に関する。

【0002】

【従来の技術】現在、実用化されている種々の静電複写方式における乾式現像法としてはトナー及びキャリアを用いる二成分現像方式とトナーのみを用いる一成分現像方式があり、上記トナー及びキャリアの多くにマグネタイトが用いられている。

【0003】磁性トナーやキャリアに用いられる磁性粉には種々の特性が要求されているが、特に磁性一成分現像方式では、トナーの磁気凝集性を弱めるために、残留磁束密度の低いものが要求されている。又磁性粉の粒子形状としては潜磨担持体に対する研磨効果を上げるため

に六面体等の角を有するものが求められている。即ち、残留磁束密度が低く、且つ粒子形状が六面体等の角を有するマグネタイト粒子が求められている。

【0004】マグネタイト粒子は製造時の条件により、特にマグネタイト粒子生成時のアルカリ/Fe比により、球状、六面体及び八面体となることが知られている。一般に球状のマグネタイト粒子の残留磁束密度は低い、六面体以上では残留磁束密度は高くなる。

【0005】例えば特開平3-201509号公報には六面体を呈するマグネタイト粒子が提案されているが、要求される低い残留磁束密度を得るには不十分である。又、特開平6-144840号公報には粒子形状が実質的に六面体であり、該六面体の稜線が面状になっているマグネタイト粒子が提案されているが、これも要求されている低い残留磁束密度を得るには不十分である。

【0006】一方、粒状のマグネタイト粒子にSi、Al等を添加して特定の形状にしたり、分散性や耐熱性を改善する提案が出されている。

【0007】例えば、特公平3-9045号公報及び特開平6-92642号公報においては、Siを添加することで、粒状マグネタイトの形状を球形にする提案がされており、又、特開平5-286723号公報にはマグネタイト粒子の生成時並びに生成後にSi及び/又はAlを添加することで、マグネタイト粒子の分散性や耐熱性を改善する提案がされている。更に、特公平8-25747号公報においてはマグネタイト粒子中のSiを偏在させることにより残留磁化が低く、電気抵抗が高いマグネタイト粒子が、特公平5-51538号公報においては八面体マグネタイト粒子中のSiを偏在させることにより濃度が高く、カブリのないトナーが、特開平5-333594号公報においてはマグネタイト粒子中のSiを偏在させることにより高解像性、高濃度のトナーがそれぞれ提案されている。

【0008】ところで、磁性酸化鉄の分野でP化合物は汎用されている化合物であるが、立方体或いは多面体を呈するマグネタイトに対してはほとんど使用されていなかった。

【0009】従来の磁性酸化鉄におけるPの添加方法は2つに大別される。1つは $\alpha\text{-FeOOH}$ 作製時に添加するものであり、もう一つは $\alpha\text{-FeOOH}$ 表面に添加するものである。

【0010】まず、 $\alpha\text{-FeOOH}$ 作製時に添加するものとしては、例えば特公昭39-25546号公報では結晶核の成長を抑制するために、又、特開昭58-25202号公報及び特公平5-18766号公報では粒度分布改善のために使用されている。

【0011】一方、 $\alpha\text{-FeOOH}$ 表面に添加するものとしては、例えばUSP3652334に、加熱して $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ や Fe_3O_4 にする際の焼結防止剤として用いられることが記載されている。

【0012】いずれもその目的は、最終生成物である磁性酸化鉄の分散性や、針状性の保持による形状異方性の改善にある。

【0013】又、粒状を呈するマグネタイト粒子の生成時にPを添加するものとして特公昭60-46525号公報があるが、この方法はCoと共にPを添加して高保持力Co含有粒状マグネタイトを得るものである。

【0014】以上のことから、P及びAl、又は、P、Al及びSiを含有し、残留磁束密度が低く、六面体、八面体又は14面体の多面体であるマグネタイト粒子粉末及びその製法方法は従来にはなかったものである。

【0015】

【課題を解決するための手段及び実施の形態】本発明者らは磁性トナーに用いられるマグネタイト粒子として保有すべき磁気特性、例えば飽和磁束密度を損なわない範囲で、残留磁束密度が低く、かつ、潜像性改良のため、粒子形状が角を有するマグネタイト粒子を得ることを目的として検討した結果、本発明に到達したのである。

【0016】即ち本発明は、Feに対し0.1～5.0重量%のP、Feに対し0.1～5.0重量%のAl、及び、Feに対し5.0重量%以下のSiを含有したもの、或いは、Feに対し0.1～5.0重量%のP、及び、Feに対し0.1～5.0重量%のAlを含有したものであり、1kOeの外部磁場をかけた後における残留磁束密度 σ_r と比表面積SSAの比 σ_r/SSA が0.9以下であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末、及び上記マグネタイト粒子粉末であって、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であることを特徴とするマグネタイト粒子粉末、及び、第一鉄塩水溶液と水酸化アルカリとを反応させて水酸化第一鉄を生成し、引き続き加熱しながら、酸素含有ガスを通気してマグネタイト粒子粉末を製造することにおいて、上記水酸化アルカリ又は第一鉄塩水溶液又はこれらを反応させて生成した水酸化第一鉄のいずれかに、Feに対しP換算で0.1～5.0重量%の水溶性リン化合物、Feに対しAl換算で0.1～5.0重量%の水溶性アルミニウム化合物、及びFeに対しSi換算で0～5.0重量%の水溶性ケイ素化合物を添加することを特徴とする上記のマグネタイト粒子粉末の製造方法である。

【0017】上記の本発明の説明で、 σ_r/SSA という表現を用いた理由は、残留磁束密度 σ_r は比表面積SSAが大きくなると増大するため、SSAで補正した値の方が好ましいためであり、本発明にかかるマグネタイトにおける σ_r/SSA の値は、0.9以下、好ましくは0.5～0.9の範囲のものである。なお、 σ_r の単位はemu/gであり、SSAの単位は m^2/g である。

【0018】また前述したように、合成条件、特に反応時のアルカリ/Fe比により、球状、六面体及び八面体のマグネタイト粒子が得られることが知られているが、

P及びAl、又は、P、Al及びSiを反応前に添加することにより、六面体及び八面体の他に14面体のマグネタイト粒子が得られることが分かった。

【0019】14面体の粒子は六面体の頂点が面状になったもの、或いは八面体の頂点が面状になったものと考えられる。

【0020】本発明においてもっとも重要な点は、マグネタイト結晶が形成される前にP及びAl、又は、P、Al及びSiを含有させておくことにあり、マグネタイト粒子の生成後にP及びAl、又は、P、Al及びSiを含有させても本発明の目的とする、マグネタイト粒子として保有すべき磁気特性、例えば飽和磁束密度を損なわない範囲で、残留磁束密度が低く、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であるマグネタイト粒子を得ることは出来ない。

【0021】本発明において次に重要な点は、少なくともP及びAlを含有させることにある。添加物がPのみの場合は、粒子形状が球状となることもあるため、好ましくない。添加物がAlのみの場合は、マグネタイト粒子の生成時にゲーサイト粒子が共に生成するので好ましくない。

【0022】又、本発明においてSiを含有させる理由は、残留磁束密度を更に低下させることにある。

【0023】本発明におけるマグネタイト粒子が、マグネタイト粒子として保有すべき磁気特性、例えば飽和磁束密度を損なわない範囲で、残留磁束密度が低く、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体である理由については未だ明らかではないが、本発明者らはP及びAl、又は、P、Al及びSiがマグネタイト粒子生成時に、成長中の粒子同士の凝集を押さえ、且つマグネタイト粒子の結晶成長において、ある結晶面の成長抑制等、何らかの作用を及ぼしているものではないかと考えている。

【0024】次に本発明実施においての諸条件について述べる。

【0025】本発明における第一鉄塩水溶液としては、硫酸第一鉄、塩化第一鉄、硝酸第一鉄等を、又、水酸化アルカリとしては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属、アルカリ土類金属の水酸化物並びに水酸化アンモニウム、アンモニアガス等を用いることが出来る。

【0026】本発明における使用する第一鉄塩に対する水酸化アルカリの量は第一鉄塩水溶液中の Fe^{2+} に対し、0.95～1.5当量であることが好ましい。0.95当量未満では本発明の目的とする残留磁束密度が低いものの、粒子形状が球状となり、本発明の六面体、八面体又は14面体の多面体であるマグネタイト粒子を容易に得ることが出来ない。又、1.5当量を越える場合でも目的とするマグネタイト粒子は得られるが、工業的でない。

(4)

5

【0027】本発明における水酸化第一鉄を酸化する際の反応温度は60～100℃であることが好ましい。60℃未満の場合は、飽和磁束密度が小さくなる。100℃を越える場合でも本発明の目的とするマグネタイト粒子が得られるが、工業的でない。

【0028】酸化方法としては空気等の酸素含有ガスや酸素ガスを液中に通気することや、過酸化水素等の酸化剤を添加する方法等があるが、酸素含有ガスを通気させる方法でよい。

【0029】本発明において使用される水可溶性リン化合物としては、ヘキサメタリン酸ナトリウム、第一リン酸アンモニウム等のリン酸塩、正リン酸、亜リン酸等のリン酸塩が用いられ、水可溶性リン化合物の添加量はFeに対してP換算で0.1～5.0重量%であり、好ましくは0.1～2.0重量%である。

【0030】0.1重量%未満である場合には、Pを共に添加しても本発明の目的であるマグネタイト粒子として保有すべき磁気特性、例えば飽和磁束密度を損なわない範囲で、残留磁束密度が低く、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であるマグネタイト粒子を得ることができない。一方、5.0重量%を越える場合には、ろ過性が非常に悪くなり、工業的でない。

【0031】水溶性リン化合物の添加時期は、水酸化アルカリ中、第一鉄塩中、又はこれらを中和して得られた水酸化第一鉄中のいずれであっても良いが、マグネタイトの結晶化が始まる前に添加しておく必要がある。

【0032】本発明において使用される水可溶性アルミニウム化合物としては、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、アルミン酸ナトリウム等が用いられ、水可溶性アルミニウム化合物の添加量はFeに対してAl換算で0.1～5.0重量%であり、好ましくは0.2～2.0重量%である。

【0033】0.1重量%未満である場合には、Pを共に添加しても本発明の目的であるマグネタイト粒子として保有すべき磁気特性、例えば飽和磁束密度を損なわない範囲で、残留磁束密度が低く、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であるマグネタイト粒子を得ることは出来ない。一方、5.0重量%を越える場合には、ろ過性が非常に悪くなり、更にゲーサイト等の生成があり、マグネタイト単一相とはならない。

【0034】水溶性アルミニウム化合物の添加時期は、水酸化アルカリ中、第一鉄塩中、又はこれらを中和して得られた水酸化第一鉄中のいずれであっても良いが、マグネタイトの結晶化が始まる前に添加しておく必要がある。

【0035】本発明において使用される水可溶性ケイ素化合物としては、水ガラス、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム等が用いられ、水可溶性ケイ素化合物の添加量はFeに対してSi換算で0～5.0重量%であり、好ましくは0～2.0重量%である。

【0036】5.0重量%を越える場合には、チキソトロピーのため、ろ過性が非常に悪くなり、工業的ではない。

【0037】水溶性ケイ素化合物の添加時期は、水酸化アルカリ中、第一鉄塩中、又はこれらを中和して得られた水酸化第一鉄中のいずれであっても良いが、マグネタイトの結晶化が始まる前に添加しておく必要がある。

【0038】以上の要領で製造されるマグネタイト粒子は条件を選択することにより、平均粒子径が比表面積として3～25m²/gの範囲のものを得ることが出来るが、磁性トナー用とする場合には4～15m²/gとすることが望ましい。又、P及びAl、又は、P、Al及びSiを含有するのであれば、マグネタイト粒子の耐熱性や分散性の改善のために、得られたマグネタイトの粒子表面にAl化合物やSi化合物やCa化合物やカップリング剤等の有機化合物を処理したものであっても良い。

【0039】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に報告する。以下の実施例は単に例示のために示すものであり、発明の範囲がこれらによって制限されるものではない。

【0040】又、実施例及び比較例により示す値の測定方法は次の通りである。粒子形状は電子顕微鏡写真より調べ、形状の個数割合が60%以上をその試料の粒子形状とした。粒子の比表面積値はBET法により測定した。残留磁束密度は、振動試料型磁力計（東英工業製VSM-3）を用い、最大印加磁場1kOeで行った。飽和磁束密度は、最大印加磁場5kOeで行った。粒子粉末中のP、Al及びSi量は蛍光X線分析装置「サイマルティクス」（理学電機工業製）を使用し、蛍光X線分析を行うことにより測定した。

【0041】マグネタイト粒子粉末中のゲーサイト量は、試料2.5gを0.05重量%ヘキサメタリン酸ナトリウム50mLに分散し、更に超音波ホモジナイザーにて20分分散させた後、ゲーサイトが分散している上澄み液のFe分析を行うことにより分析した。

【0042】実施例1

反応器中に予め準備された、ヘキサメタリン酸ナトリウム1.49g（Feに対し、P換算で0.25重量%に該当する）、及びAlとして159.5g/Lのアルミン酸ナトリウム溶液6.77mL（Feに対し、Al換算で0.60重量%に該当する）、及びSiとして193.3g/Lのケイ酸ナトリウム溶液1.40mL（Feに対し、Si換算で0.15重量%に該当する）を添加した1.67mol/LのNaOH水溶液3.86Lに、Fe²⁺1.50mol/Lを含む硫酸第一鉄水溶液2.15Lを加え、水酸化第一鉄の生成を行った。（水酸化ナトリウムの使用量はFe²⁺に対し、1.04当量に該当する。）

50

上記水酸化第一鉄を温度90℃において、機械攪拌を行いながら、毎分2Lの空気を120分通気してマグネタイト粒子を生成した。

【0043】生成粒子は、常法により、水洗、ろ過、乾燥、粉碎した。得られたマグネタイト粒子粉末は、蛍光X線分析の結果、Feに対し、Pを0.22重量%、Alを0.48重量%、Siを0.14重量%含有したものであって、マグネタイト単一相であり、 σ_r/SSA が0.62と低いものであった。

【0044】又、得られたマグネタイト粒子は図1に示す電子顕微鏡写真から明らかな通り、粒子形状が14面体であり、粒度分布が良好なものであった。

【0045】実施例2～8

第一鉄塩に対する水酸化アルカリの量及び水可溶性リン化合物の種類、添加量並びに添加時期、水可溶性Al化合物の種類、添加量並びに添加時期、水可溶性Si化合物の種類、添加量を種々変化した以外は実施例1と同様にしてマグネタイト粒子粉末を得た。このときの主要製造条件及び生成マグネタイト粒子粉末の諸特性を表1に示す。

【0046】実施例2～8で得られたマグネタイト粒子粉末はいずれもマグネタイト単一相であり、粒子形状が六面体、八面体又は14面体の多面体であり、 σ_r/SSA が0.57～0.86と低いものであった。

【0047】比較例1

ヘキサメタリン酸ナトリウム及びアルミン酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウムを添加しなかった以外は実施例1と同様にしてマグネタイト粒子を生成した。

【0048】得られたマグネタイト粒子の粒子形状は六面体であるが、 σ_r/SSA が1.06と実施例1で得られたマグネタイト粒子より高いものであった。

【0049】比較例2

ヘキサメタリン酸ナトリウム及びアルミン酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウムを添加しなかった以外は実施例4と同様にしてマグネタイト粒子を生成した。

【0050】得られたマグネタイト粒子の粒子形状は八面体であるが、 σ_r/SSA が1.67と実施例4で得

られたマグネタイト粒子より高いものであった。

【0051】比較例3～7

水可溶性リン化合物の添加量、水可溶性Al化合物の添加量、水可溶性Si化合物の添加量を種々変化した以外は実施例1と同様にしてマグネタイト粒子粉末を得た。

【0052】このときの主要製造条件及び生成マグネタイト粒子粉末の諸特性を表1に示す。

【0053】比較例3で得られたマグネタイト粒子は σ_r/SSA が0.68と低いものであったが、粒子形状は球状であった。

【0054】比較例4及び6で得られたマグネタイト粒子はマグネタイト粒子の他にゲーサイトが生成していた。

【0055】比較例5で得られたマグネタイト粒子は粒子形状が球状で、 σ_r/SSA が0.99と高いものであった。

【0056】比較例7で得られたマグネタイト粒子は粒子形状が八面体ではあるが、 σ_r/SSA が1.23と高いものであった。

【0057】比較例8

比較例1にて生成したマグネタイト粒子にヘキサメタリン酸ナトリウム1.49g(Feに対し、P換算で0.25重量%に該当する)、及びAlとして159.5g/Lのアルミン酸ナトリウム溶液6.77mL(Feに対し、Al換算で0.60重量%に該当する)、及びSiとして193.3g/Lのケイ酸ナトリウム溶液1.40mL(Feに対し、Si換算で0.15重量%に該当する)を添加し、常法により、水洗、ろ過、乾燥、粉碎した。

【0058】得られたマグネタイト粒子粉末は、蛍光X線分析の結果、Feに対し、Pを0.22重量%、Alを0.48重量%、Siを0.14重量%含有したものであって、 σ_r/SSA が1.04と高いものであった。

【表1】

実施例 及び 比較例	マグネタイト粒子粉末の製造									
	7441の 使用量 等量 全Fe ²⁺	水溶性P化合物			水溶性Al化合物			水溶性Si化合物		
		種類	P/Fe 添加量	添加 時期	種類	Al/Fe 添加量	添加 時期	種類	Si/Fe 添加量	添加 時期
実施例 1	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	アルミン酸ナトリウム	0.60	A	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
実施例 2	1.04	第一リン酸アルミニウム	0.25	B	硫酸アルミニウム	0.60	B	ケイ酸ナトリウム	0.15	B
実施例 3	1.02	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	C	アルミン酸ナトリウム	0.80	C	ケイ酸ナトリウム	0.15	C
実施例 4	1.15	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	アルミン酸ナトリウム	0.60	A	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
実施例 5	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.50	A	アルミン酸ナトリウム	0.80	A	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
実施例 6	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	アルミン酸ナトリウム	1.20	A	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
実施例 7	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	アルミン酸ナトリウム	0.60	A	ケイ酸ナトリウム	0.00	A
実施例 8	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.50	A	アルミン酸ナトリウム	0.80	A	ケイ酸ナトリウム	0.25	A
比較例 1	1.04	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例 2	1.15	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例 3	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	—	—	—	—	—	—
比較例 4	1.04	—	—	—	アルミン酸ナトリウム	0.60	A	—	—	—
比較例 5	1.04	—	—	—	—	—	—	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
比較例 6	1.04	—	—	—	アルミン酸ナトリウム	0.60	A	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
比較例 7	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	A	—	—	—	ケイ酸ナトリウム	0.15	A
比較例 8	1.04	ハチメタリン酸ナトリウム	0.25	D	アルミン酸ナトリウム	0.60	D	ケイ酸ナトリウム	0.15	D

1) A : 水酸化アルカリ中に添加

2) 外部磁場1KOeで測定

B : 硫酸第一鉄水溶液中に添加

3) 外部磁場5KOeで測定

C : 水酸化第一鉄水溶液中に添加

D : マグネタイト粒子生成後に添加

【表2】

実施例 及び 比較例	粒子形状	マグネタイト粒子粉末の特性							
		ゲルゲル	BET法	残留磁束	飽和磁束	P/Fe	Al/Fe	Si/Fe	σ_r /SSA
		生成量	比表面積	密度2)	密度3)	含有量	含有量	含有量	
		wt%	SSA m ² /g	σ_r emu/g	emu/g	wt%	wt%	wt%	—
実施例 1	14面体	0	10.0	6.2	83.4	0.22	0.48	0.14	0.62
実施例 2	14面体	0	10.2	5.9	82.5	0.22	0.48	0.14	0.58
実施例 3	六面体	0	9.5	6.0	83.7	0.22	0.48	0.13	0.63
実施例 4	八面体	0	8.5	7.3	82.4	0.21	0.46	0.14	0.86
実施例 5	14面体	0	9.4	6.2	81.9	0.44	0.48	0.14	0.65
実施例 6	14面体	0	10.5	7.5	80.7	0.22	1.08	0.14	0.71
実施例 7	14面体	0	10.4	8.5	83.1	0.22	0.48	0.00	0.63
実施例 8	14面体	0	10.2	5.9	82.5	0.22	0.48	0.24	0.57
比較例 1	六面体	0	9.4	10.0	85.7	0.00	0.00	0.00	1.06
比較例 2	八面体	0	4.3	7.2	87.2	0.00	0.00	0.00	1.67
比較例 3	球状	0	8.3	4.2	86.2	0.22	0.00	0.00	0.5
比較例 4	六面体	1.7	10.0	6.8	84.3	0.00	0.48	0.00	—
比較例 5	球状	0	9.0	8.9	86.0	0.00	0.00	0.14	0.99
比較例 6	六面体	1.1	8.8	6.2	64.4	0.00	0.48	0.14	—
比較例 7	八面体	0	4.6	5.7	87.3	0.22	0.00	0.14	1.28
比較例 8	六面体	0	9.5	9.9	83.2	0.22	0.48	0.14	1.04

【発明の効果】本発明にかかるP及びAl含有マグネタイト粒子及びP、Al及びSi含有マグネタイト粒子は、残留磁束密度が低いため樹脂中への分散が良好になり、粒子形状が六面体、八面体又は14面体であるので、潜像担持体に対する研磨効果が高いため、磁性トナー及び樹脂分散型キャリア用材料粒子粉末として好適で 40

あった。

【図面の簡単な説明】

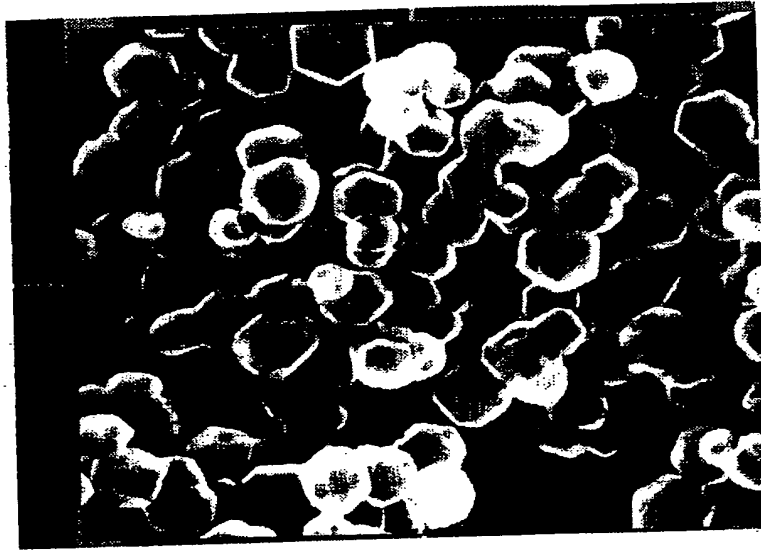
【図1】 実施例1で得られたP、Al及びSi含有マグネタイト粒子粉末の粒子構造を示す電子顕微鏡写真（5万倍）である。

(8)

特開平10-101339

【図1】

図面代用写真



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶
H01F 1/11

識別記号

F I
H01F 1/11

Z

BEST AVAILABLE COPY